



**TUGAS AKHIR - SF 141501**

**SINTESIS SERBUK NANO-ZIRKON DENGAN METODE  
PENGGILINGAN DAN ANIL**

**Novia Dwi Lestari  
NRP 1113100023**

**Dosen Pembimbing  
Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.**

**DEPARTEMEN FISIKA  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2017**





**TUGAS AKHIR - SF 141501**

**SINTESIS SERBUK NANO-ZIRKON DENGAN METODE  
PENGGILINGAN DAN ANIL**

**Novia Dwi Lestari  
NRP 1113100023**

**Dosen Pembimbing  
Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.**

**DEPARTEMEN FISIKA  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2017**



**FINAL PROJECT - SF 141501**

**SYNTHESIS OF NANO-ZIRCON POWDERS WITH  
MILLING AND ANNEALING METHODS**

**Novia Dwi Lestari  
NRP 1113100023**

**Advisors  
Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.**

**Department of Physics  
Faculty of Mathematics and Science  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2017**

**LEMBAR PENGESAHAN**  
**SINTESIS SERBUK NANO-ZIRKON DENGAN**  
**METODE PENGGILINGAN DAN ANIL**

**TUGAS AKHIR**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh  
Gelar Sarjana Sains  
pada  
Bidang Studi Material  
Program Studi S-1 Departemen Fisika  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh  
**NOVIA DWI LESTARI**  
**11 13 100 023**

**Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir:**

**Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.** (.....)  
**NIP. 19660224 19902 1 001**



Surabaya, Juni 2017

# **SINTESIS SERBUK NANO-ZIRKON DENGAN METODE PENGGILINGAN DAN ANIL**

**Penulis : Novia Dwi Lestari**  
**NRP : 1113100023**  
**Departemen : Fisika FMIPA ITS**  
**Dosen Pembimbing : Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.**

## **Abstrak**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penggilingan dan anil terhadap perubahan ukuran kristal dan regangan serbuk zirkon. Bahan dasar yang digunakan yaitu serbuk hasil pemurnian pasir zirkon alam dari Kereng Pangi, Kalimantan Tengah. Serbuk zirkon hasil ekstraksi digiling dengan variasi waktu penggilingan 5, 10, 20 dan 30 jam. Setiap tahap penggilingan dilanjutkan dengan anil selama 2 jam dengan temperatur 200 °C. Karakterisasi terhadap fasa dilakukan dengan menggunakan uji *X-Ray Diffraction (XRD)* terhadap fasa sesudah penggilingan serta sesudah anil. Identifikasi fasa dilakukan menggunakan perangkat lunak *Match2!* dan analisis komposisi fasa menggunakan perangkat lunak *Rietica*. Selanjutnya dilakukan juga analisis menggunakan perangkat lunak *MAUD* untuk mengetahui ukuran kristal dan regangan. Hasil analisis menunjukkan bahwa (1) fasa-fasa teridentifikasi adalah zirkon untuk sampel Z0, ZM1, ZM2 dan ZM, (2) zirkon dan zirkonia untuk sampel ZM4, ZMA4, ZM6 dan ZMA6, (3) ukuran kristal zirkon turun dari 162 nm untuk sampel Z0 menjadi 37 nm dari sampel ZM6. Sebagai tambahan, pada penelitian juga dilakukan pengamatan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *Tranmmison Electron Microscopy (TEM)*.

***Kata Kunci : pasir zirkon, penggilingan***

# SYNTHESIS NANO-ZIRCON POWDERS WITH MILLING AND ANNEALING METHOD

**Name** : Novia Dwi Lestari  
**NRP** : 1113100023  
**Departement** : Fisika FMIPA ITS  
**Supervisor** : Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.

## Abstract

*The objective of this research is to observe the effect milling and annealing on crystallite size and strain of zircon. The basic material was purified zircon sand from Kareng Pangi, Kalimantan Tengah. The milling was varied for 5, 10, 20, and 30 hours where annealing was done at 200 °C for 2 hours for each milling step. The phase characterization was done by analyzing the X-ray Diffraction (XRD) data, i.e. using Match2! for phase identification, Rietica for phase composition and MAUD for crystallite size and strain determination. Results showed that (1) the identified phases were zircon for the Z0, ZM1, ZMA1, ZM2, ZMA2 sampel's, (2) the phase compositions were zircon and zirconia for the ZM4, ZMA4, ZM6 and ZMA6, (3) the crystallite size reduced by milling and achieving nanometric orde at 173 for the Z0 to 37 nm for the ZM6. In this research, the observation is also done using Scanning Electron Microscope (SEM) dan Tranmmison Electron Microscopy (TEM).*

**Keywords:** zircon sand, milling

## KATA PENGANTAR

Puji syukur Penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir di jurusan Fisika FMIPA ITS dengan judul:

### **“SINTESIS SERBUK NANO-ZIRKON DENGAN METODE PENGGILOAN DAN ANIL”**

Penulis menyadari bahwa terselesainya penyusunan tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Bapak Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D. selaku dosen pembimbing pertama tugas akhir dalam memberi bimbingan dan wawasan sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini.
2. Kakak Musyarofah selaku pembimbing dan “pembimbing kedua” yang sangat luar biasa dalam memberi masukan, dukungan, bimbingan dan wawasan sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini.
3. Keluarga tercinta, Ayahanda alm Suyatno, Ibunda Katoyah, Kakak alm Kholis, Kakak Susiati, Adik Galeh dan Adik Raka yang selalu menjadi motivasi, dukungan dan doa pada penulis agar cepat lulus.
4. Bapak Dr. Yono Hadi P., M. Eng dan Dr. Rer. Nat. Eko Minarto, selaku Ketua Jurusan dan Sekretaris Jurusan Fisika FMIPA ITS yang telah memberikan kemudahan sarana selama kuliah sampai terselesaikannya Tugas Akhir ini.
5. Bapak Heru Sukanto M.Si selaku dosen wali yang telah memberikan saran yang berhubungan dengan mata kuliah selama masa belajar Penulis.
6. Teman satu bimbingan dan seperjuangan : Alfa Dinar, Afyra Khoirunisa, dan Nihla Noor, terimakasih atas semangat dan perjuangan yang telah kita lewati dalam menyelesaikan tugas akhir ini.



7. Kepada teman-teman yang selalu memberi penyemangat dalam penyusunan Tugas akhir yaitu Alfa Dinar, Diajeng Indraswary, Fairus Salimatul.
8. Kepada TIM ZIRKON, Mbak ofa, Mbak Fikri, Mbak gaby makasih banyak selalu memberi semangat penulis dalam menyelesaikan tugas akhir.
9. Kepada seluruh keluarga besar anak bimbingan Prof. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D. Terimakasih banyak telah memberikan saran dan masukan dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.
10. Segenap teman-teman Fisika 2013 yang telah memberikan dukungan terbaik untuk Penulis.

Penulis menyadari bahwa dalam proses penyusunan laporan ini terdapat kesalahan. Sehingga penulis meminta kritik dan saran pembaca yang dapat membantu untuk menyempurnakan laporan ini. Akhir kata semoga Tugas Akhir ini bermanfaat bagi semua pihak. Amin Ya Rabbal Alamin

Surabaya, Juni 2017

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
COVER .....	ii
LEMBAR PENGESAHAN..	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
ABSTRACT .....	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	x
DAFTAR TABEL .....	xi
DAFTAR LAMPIRAN .....	xii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	2
1.4 Batasan Masalah .....	3
1.5 Manfaat Penelitian .....	3
1.6 Sistematika Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Zirkon .....	5
2.2 Sintesis Serbuk Nanomaterial dengan Menggunakan Metode Penggilingan.....	7
2.3 <i>Annealing</i> .....	9

2.4	Normalizing .....	10
2.3.3	<i>Spheroidizing</i> .....	10
BAB III METODOLOGI .....		13
3.1	Langkah Kerja .....	13
3.1.1	Ekstraksi Pasir Zirkon .....	13
3.1.2	Sistesis Serbuk Nano Zirkon dengan Penggilingan dan Anil .....	14
3.1.3	Karakterisasi Serbuk Nano Zirkon .....	15
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....		19
4.1	Ekstraksi Pasir Zirkon .....	19
4.2	Sintesis Serbuk Nano Zirkon dengan Penggilingan dan Anil .....	21
4.3	Mikrografi Serbuk Zirkon .....	28
4.3.1	SEM (Scanning Electron Microscopy) .....	28
4.3.2	TEM (Tranmission Electron Microscopy) .....	30
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....		33
5.1	Kesimpulan .....	33
5.2	Saran .....	33
DAFTAR PUSTAKA .....		35

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1	Pasir Zirkon (Havenga dan Nel, 2012).....	6
Gambar 2. 2	Ukuran Partikel Serbuk ZnO Sebagai Fungsi Waktu Penggilingan (Salah, 2011).	9
Gambar 3.1	Proses Ekstraksi Pasir Zirkon.....	17
Gambar 3.2	Proses Penggilingan dan Anil Serbuk Zirkon.....	18
Gambar 4.1	Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi $\text{CuK}\alpha$ ) dari sampel Ekstraksi Pasir Zirkon (Muwwaqor, 2016) dan (Nurlaila, 2016) ..	21
Gambar 4.2	Pola Difraksi Sinar-X (radiasi $\text{CuK}\alpha$ ) Serbuk Zirkon dengan Variasi Penggilingan dan Anil. [z=zirkon, t=zirkonia tetragonal].....	21
Gambar 4.3	Contoh Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon dengan Penggilingan 10 Jam dengan Anil Suhu 200 °C Selama 2 Jam (Sampel ZMA2). (Merah : Model, Hitam : Data, Hijau : Selisih ).....	22
Gambar 4.4	Pola Difraksi Sinar-X (radiasi $\text{CuK}\alpha$ ) Serbuk Zirkon pada Sampel Z0, ZM2 dan ZM6.....	24
Gambar 4.5	Contoh Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak MAUD untuk Sampel Serbuk Zirkon Tanpa Penggilingan (Z0), ( Biru : Model , Hitam : Data).....	25
Gambar 4.6	Hubungan Waktu Penggilingan terhadap Ukuran Kristal Serbuk Zirkon.....	27
Gambar 4.7	Citra SEM Serbuk Zirkon (a) Z0, (b) ZM1, (c) ZMA1,(d) ZM2, (e) ZMA2, (f) ZM4, (g) ZMA4, (h) ZM6, (i) ZMA6.....	29
Gambar 4.8	8 Citra TEM Serbuk Zirkon (a) Z0, (b) ZM1, (c) ZM2, (d) ZMA2.....	31

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Ukuran kristal hasil penggilingan.....	8
Tabel 4.1	Komposisi Unsur dalam Sampel Sebelum dan Setelah Ekstraksi (Muwwaqor, 2016) dan (Nurlaila, 2016).....	20
Tabel 4.2	Parameter Kecocokan Analisis Menggunakan Rietica.....	23
Tabel 4.3	Komposisi Fasa Sampel Serbuk Zirkon dengan Variasi Waktu Penggilingan.....	23
Tabel 4.4	Parameter Kecocokan Analisis Menggunakan MAUD.....	25
Tabel 4.5	Ukuran Kristal dan Regangan Serbuk Zirkon dengan Variasi Waktu Penggilingan.....	26

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Luaran Hasil Pengolahan Data Menggunakan Perangkat Lunak Rietica.....	37
Lampiran 2	Luaran Hasil Pengolahan Data Menggunakan Perangkat Lunak MAUD.....	42

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Senyawa zirkon merupakan salah satu mineral logam tanah jarang yang memiliki potensi sangat besar di Indonesia. Ketersediaan pasir zirkon cukup melimpah di Indonesia seperti di Kalimantan, Kepulauan Riau, dan Bangka Belitung. Pemerintah Indonesia tidak memperkenankan ekspor pasir ini secara mentah karena adanya peraturan tentang Pertambangan Mineral dan Batu Bara (Minerba), yaitu Pasal 2 Bab II Undang-Undang No. 4 Tahun 2009, serta Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral (Pemen ESDM) RI No. 07 Tahun 2012 tentang Peningkatan Nilai Tambah Mineral Melalui Pengolahan dan Permurnian Mineral. Hal inilah yang membuat masyarakat harus berfikir untuk mengolah mineral ini menjadi mineral setengah jadi atau jadi sebelum diekspor keluar negeri (Munggaran dkk., 2014). Oleh karena itu upaya pengolahan pasir zirkon menjadi material-material fungsional lain, terutama dengan teknologi sederhana, perlu dilakukan untuk memberikan nilai ekonomis maupun fungsional kepadanya.

Nanomaterial merupakan material yang mempunyai ukuran dengan skala nanometer, yaitu berkisar antara 1–100 nm (Batdemberel dkk., 2013). Banyak orang yang tertarik dengan nanomaterial ini karena sifat material yang berukuran nanometrik. Pada sebagian aplikasi, lebih sangat menguntungkan daripada material berukuran mikron. Misalnya, kapasitas listrik material elektroda baterai dengan bahan dasar  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  akan meningkat ketika ukurannya dijadikan berorde nanometer (Gogotsi, 2006).

Pembuatan serbuk nanometrik dapat dilakukan dengan kombinasi metode sol gel dan penggilingan. Metode penggilingan pernah dilakukan pada serbuk yttria  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (Sinaga, 2017). Hasil yang diperoleh pada saat penggilingan 1 jam ukuran kristal 86 nm dan ketika digiling selama 30 jam, ukuran kristal yang dihasilkan

sebesar 55 nm. Penggilingan juga mengakibatkan timbulnya regangan pada serbuk, semakin lama proses penggilingan yang dilakukan, nilai dari regangan yang dihasilkan juga semakin meningkat, misalnya pada serbuk yttria ketika penggilingan dilakukan selama 1 jam regangan yang dihasilkan sebesar  $6,7 \times 10^{-4}$  dan pada saat penggilingan 20 jam regangan yang dihasilkan sebesar  $8,2 \times 10^{-4}$  (Sinaga, 2017). Dapat disimpulkan bahwa penggilingan dapat mereduksi ukuran kristal tapi meningkatkan nilai dari regangan kristal.

Pada saat ini belum ada orang yang membuat nanomaterial menggunakan bahan dasar serbuk zirkon. Sehingga untuk penelitian ini akan mengkaji sistesis nano material menggunakan metode penggilingan dengan bahan dasar serbuk zirkon. Sedangkan proses anil dalam penelitian ini digunakan untuk menurunkan nilai dari regangan yang dihasilkan pada proses penggilingan.

Hasil dari proses penggilingan perlu dilakukan pengujian menggunakan XRD. Hasil dari XRD dapat mengidentifikasi ukuran kristal dan regangan dari lebar puncak yang dihasilkan setelah proses penggilingan. Semakin lebar puncak hasil XRD yang dihasilkan dapat dikatakan bahwa serbuk zirkon sudah berukuran nanometrik. Hasil keluaran dari pengujian XRD digunakan untuk analisis *MAUD*. *MAUD* digunakan untuk melihat nilai ukuran kristal dan regangan. Dalam penelitian ini juga digunakan pengujian TEM dan SEM, pengujian ini digunakan sebagai data pendukung pengujian XRD.

## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, permasalahan pada penelitian ini yaitu apa pengaruh dari proses penggilingan 5, 10, 20 dan 30 jam dan anil terhadap perubahan ukuran kristal dan regangan serbuk zirkon?

## 1.3 Tujuan Penelitian



Berdasarkan permasalahan tersebut, maka tujuan dari penelitian adalah untuk mengetahui pengaruh penggilingan 5, 10, 20 dan 30 jam dan anil terhadap perubahan ukuran kristal dan regangan serbuk zirkon

#### **1.4 Batasan Masalah**

Pada penelitian ini permasalahan yang dibatasi pada:

1. Serbuk zirkon yang digunakan pada penelitian ini menggunakan bahan dasar pasir zirkon yang diambil dari Kalimantan Tengah yang kemudian diekstraksi menggunakan tiga tahapan seperti yang telah dilakukan oleh (Muwwaqor, 2016) dan (Nurlaila, 2016).
2. Variasi waktu penggilingan yang digunakan adalah 5, 10, 20 dan 30 jam dan anil selama 2 jam pada temperatur 200 °C
3. Sifat-sifat yang dikaji antara lain fasa, ukuran kristal, regangan dan mikrostruktur serbuk zirkon sebagai pengaruh dari variasi waktu penggilingan.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi mengenai pemanfaatan pasir zirkon sebagai bahan alam yang dapat disintesis menjadi serbuk nanomaterial.
2. Memberikan informasi tentang ukuran kristal dan mikrostruktur serbuk zirkon yang telah dihasilkan.

#### **1.6 Sistematika Penelitian**

Penulisan penelitian ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran secara umum dari penelitian ini. Bab I yang terdiri dari latar belakang penelitian, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, manfaat penelitian, dan sistematika penelitian. Bab II yang berisi tentang tinjauan pustaka yang mencakup dasar teori yang digunakan dalam penelitian. Bab III yaitu metodologi penelitian yang berisi tentang prosedur kerja yang digunakan

dalam penelitian. Bab IV tentang hasil dan pembahasan yang didapatkan dari penelitian. Bab V tentang kesimpulan dari hasil yang didapatkan serta mencakup saran untuk penelitian lebih lanjut.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Zirkon**

Zirkon terbentuk sebagai mineral yang keberadaannya sangat banyak di Indonesia. Zirkon di Indonesia banyak terdapat di kepulauan Riau, Bangka Belitung, dan pulau Kalimantan. Keberadaan pasir zirkon sudah lama dikenal di perairan Bangka Belitung sebagai edapan alluvial bersama dengan pasir timah dan mineral lainnya. Zirkon terdapat disepanjang aliran sungai pendalaman yang ada pada Kalimantan mengikuti penyebaran alluvial emas dan rawa. Endapan-endapan yang mengandung zirkon di pulau Kalimantan Barat dan Kalimantan Tengah (Ying dkk., 1994). Mineral zirkon juga termasuk dari grup putih dari silikat putih/bening, terjadinya proses ini pada daerah yang berasosiasi dengan batuan intrusi magmatik, nefelin, syerit, dan diorit dengan membentuk kristal yang tetragonal simetri. Zirkon juga merupakan mineral yang stabil yang tidak mudah lapuk, baik secara kimiawi maupun fisika. Zirkon memiliki kekerasan yang berkisar antara 7–8 (skala Moh's). Zirkon dikenal sebagai batu permata dari zaman kuno (Rajput, 2015).

Pasir zirkon merupakan hasil ikatan dari pemerosesan pasir mineral yang ditemukan disungai dan pantai, pasir ini mengandung rutil, ilmenit, monosit, leucoxane, garnet, kyanite, epidot, magnetit, apatit dan sebagainya. Pasir zirkon juga diperoleh dalam pemrosesan mineral tanah jarang dan keberadaannya sebagai mineral yang mempunyai potensial dan digunakan sebagai bahan baku sintesis PSZ yang merupakan komponen penting pada keramik. Pasir zirkon murni memiliki massa jenis  $4,68 \text{ g/cm}^3$  dan mempunyai warna yang bervariasi di antaranya adalah kekuningan, merah muda, kemerahan, kecoklatan, tidak berwarna dan kadang-kadang berwarna hijau, biru dan hitam. Zirkon juga ditemukan dalam bentuk butiran seperti pasir mineral ini umumnya berasal dari batu granit yang telah mengalami pelapukan (Pradhan and Sinha, 2005).



Gambar 2. 1 Pasir Zirkon (Havenga dan Nel, 2012)

Zirkon juga merupakan komposisi alami dari zirkonia ( $\text{ZrO}_2$ ) dan silika ( $\text{SiO}_2$ ), yang biasanya komposisinya berisi dari 67,2 wt.% zirkonia dan 32,8 wt.% silika. Zirkon mudah dipisahkan dari bahan mineral berat magnetik dan konduktif hal ini karena adanya sifat dari zirkon yang memiliki sifat nonkonduktif dan nonmagnetik sehingga zirkon mudah dipisahkan dengan memanfaatkan perbedaan sifat konduktif, magnetik dan massa jenis (Vilmin dkk., 1987). Zirkon tidak bisa larut dalam air karena memiliki kestabilan ikatan antara zirkonia dengan silika, tetapi zirkon akan larut dalam larutan yang bersifat asam tetapi akan mengendap kembali pada larutan yang bersifat basa. Zirkon juga merupakan senyawa yang tahan terhadap korosi dan memiliki kestabilan struktur pada temperatur yang tinggi (Sriyanti, 2009).

Zirkon sendiri akan mengalami pemisahan antara  $\text{ZrO}_2$  dan  $\text{SiO}_2$  ketika pada temperatur 1500–2200 °C dan akan kembali terbentuk semula ketika terjadi pendinginan sedangkan jika zirkon berada pada temperatur di bawah temperatur leleh maka zirkon tidak bisa berubah menjadi keramik yang mempunyai porositas rendah tapi massa jenisnya tinggi. Tetapi kekurangan temperatur dari zirkon ini akan mengakibatkan zirkon mempunyai resistansi

kimia yang baik, sehingga bisa dimanfaatkan untuk membuat suatu bahan material (Mahmoud dkk., 2015).

Zirkon juga merupakan refraktori keramik yang mempunyai potensi yang sangat besar hal ini dikarenakan zirkon memiliki *thermal shock resistance* yang besar. Zirkon mempunyai struktur tetragonal, dimana atom-atom zirkon dan silikon dihubungkan oleh atom-atom oksigen. Meskipun zirkon memiliki rumus kimia  $\text{ZrSiO}_4$ , pemeriksaan secara X-ray tidak memperlihatkan perbedaan yang signifikan antara atom-atom oksigen dan struktur. Sehingga dapat disimpulkan tidak ada kelompok yang terpisah dari atom oksigen dan karena itu struktur  $\text{ZrSiO}_4$  memenuhi syarat (Sriyanti, 2009).

Pada umumnya zirkon yang siap pakai berasal dari zirkon alam sehingga kemurniannya akan bergantung dimana zirkon tersebut mengkristal. Zirkon murni dapat diperoleh dari hasil sintesis zirkonia dan silika metode yang banyak digunakan oleh peneliti adalah metode sol gel. Zirkon adalah mineral yang sangat tahan terhadap pengaruh kimia dan mekanik, sehingga bentuk kristal dan ukuran butirnya tidak mudah berubah dari bentuk awalnya.

## **2.2 Sintesis Serbuk Nanomaterial dengan Menggunakan Metode Penggilingan**

Metode penggilingan merupakan metode yang menggunakan energi tumbukan antara bola-bola penggilingan dan dinding wadahnya (jar milling). Sehingga untuk mendapatkan partikel yang ukurannya nano maka yang dilakukan adalah merubah putaran mill menjadi berlintasan planet (*planetary*) (Vilmin dkk., 1987). Metode penggilingan biasanya menggunakan media pencampur alkohol dimana ketika terjadi pencampuran elemen tersebut akan menghasilkan campuran partikel serbuk (Shi dkk., 1994).

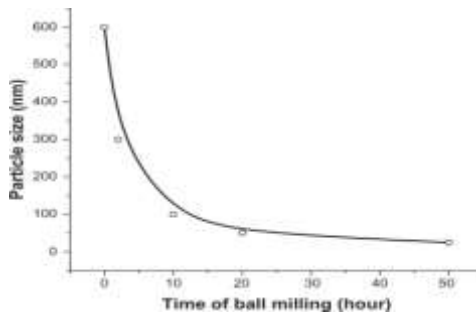
Penggilingan berfungsi sebagai pereduksi ukuran dari suatu material. Biasanya material awal memiliki ukuran yang relatif besar dengan ukuran skala mikron. Kemudian material tersebut

digiling agar ukuran dari material tersebut menjadi lebih kecil dan diharapkan ukuran dari material tersebut berskala nano, Kecepatan penggilingan akan berpengaruh pada ukuran material tersebut, semakin cepat penggilingan dilakukan maka ukuran dari material juga akan semakin kecil (Shi dkk., 1994). Selain kecepatan penggilingan, waktu penggilingan juga berpengaruh pada ukuran suatu material. Di bawah ini merupakan beberapa penelitian yang mengkaji tentang pengaruh waktu milling terhadap ukuran kristal dan regangan pada beberapa material.

Tabel 2. 1 Ukuran kristal hasil penggilingan

Referensi	Material	Kondisi penggilingan			Hasil	
		Media	Kecepatan	Waktu	Ukuran kristal	Regangan
(Pradhan and Sinha, 2005)	ZrO <sub>2</sub>	Etanol	350 rpm	5 menit	402 nm	-
(Pradhan and Sinha, 2005)	SiO <sub>2</sub>	Etanol	350 rpm	15 menit	313 nm	-
(Vilmin dkk, 1987)	Co <sub>0.5</sub> Zn <sub>0.5</sub> Fe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Aquades	-	17 menit	24.4 nm	-
(Shi dkk., 1994)	ZnO	-	200 rpm	20 menit	2.10 nm	-

Dari Tabel 2.1 menunjukkan bahwa semakin lama waktu penggilingan maka ukuran kristal suatu material akan semakin kecil.



Gambar 2. 2 Ukuran Partikel Serbuk ZnO Sebagai Fungsi Waktu Penggilingan (Salah, 2011).

”

Sedangkan dari Gambar 2.2 di atas menunjukkan bahwa waktu penggilingan sangat berpengaruh dalam ukuran sebuah partikel, semakin lama sebuah material digiling maka ukuran dari material tersebut akan semakin kecil.

### 2.3 Annealing

*Annealing* merupakan suatu proses perlakuan panas pada material yang digunakan untuk meniadakan pengaruh dari perlakuan pendinginan. Tahapan annealing dimulai dari memanaskan suatu bahan sampai dengan temperatur tertentu (Vilmin dkk., 1987). Kemudian dilakukan proses panahanan temperatur dengan waktu tertentu agar bahan akan berubah sifatnya sesuai dengan apa yang kita inginkan. Selajutnya proses pendinginan dilakukan dengan waktu yang cukup lambat.

*Annealing* ini dilakukan pada suhu 200–300 °C bertujuan untuk menghilangkan tegangan-tegangan sisa pada suatu bahan dan menghindarkan terjadinya retakan panas. Selain itu tujuan dari *annealing* ini adalah selain sebagai pemanasan, *annealing* juga digunakan sebagai pelunakan. Hal ini diperlukan untuk pelunakan baja-baja yang keras, sehingga baja tersebut dapat

dikerjakan menggunakan mesin. Tujuan dari *annealing* adalah untuk meningkatkan keuletan suatu material dan mengurangi tegangan dalam yang menyebabkan material mempunyai sifat getas. Proses *anealing* bisa juga disebut dengan proses pelunakan, proses pelunakan sendiri dapat berupa *normalizing*, *full annealing* dan *spheroidizing* (Shi dkk., 1994).

## **2.4 Normalizing**

*Normalizing* merupakan proses pelakuan panas yang bertujuan untuk memperhalus dan menyeragamkan ukuran kristal dan untuk mendistribusikan ukuran butir logam. Proses ini diperlakukan untuk suatu material yang mengalami proses pembentukan. Proses *normalizing* dengan cara memanaskan material pada temperatur 55–85 °C di atas temperatur kritis, kemudian ditahan untuk beberapa lama hingga fasa secara penuh betransformasi ke fasa austenit. Kemudian material didinginkan pada udara terbuka hingga mencapai temperatur kamar (Pradhan and Sinha, 2005).

### **2.3.2 Full annealing**

*Full annealing* adalah proses perlakuan panas yang bertujuan untuk melunakkan suatu logam atau material yang keras sehingga material tersebut dapat dikerjakan menggunakan mesin. Proses ini banyak dilakukan pada material baja medium. Proses ini dilakukan dengan cara memanaskan suatu material baja pada temperatur 15–40 °C di atas temperatur  $A_3$  atau  $A_1$  hal ini bergantung pada kadar karbonnya. Pada temperatur tersebut pemanasan ditahan untuk beberapa lama hingga mencapai kesetimbangan. Kemudian material didinginkan dalam dapur pemanas secara perlahan-lahan hingga mencapai temperatur kamar. Struktur mikro hasil *full annealing* berupa pearlit kasar yang relatif lunak dan ulet (Pradhan dan Sinha, 2005).

### **2.3.3 Spheroidizing**

*Spheroidizing* merupakan proses pelunakan, tapi digunakan pada baja karbon medium dan tinggi yang memiliki kekerasan



yang sangat tinggi dan sulit dikerjakan oleh mesin dan deformasi. Proses *sphreoidzing* dilakukan dengan cara memanaskan baja pada temperatur eutektoid yaitu sekitar 700 °C pada temperatur ini pemanasan ditahan selama 15 menit – 25 jam. Kemudian didinginkan secara perlahan-lahan dalam tungku pemanas sampai mencapai temperatur kamar (Pradhan and Sinha, 2005).

#### **2.3.4 Proses *annealing***

Proses *annealing* merupakan proses perlakuan panas yang ditunjukkan untuk melunakkan dan menaikkan kembali keuletan suatu material agar material tersebut dapat berdeformasi lebih lanjut. Pada umumnya proses *annealing* dan *stress relief annealing* mempunyai kesamaan yaitu bahwa kedua proses tersebut dilakukan masih di bawah temperatur kritis (Pradhan and Sinha, 2005).

#### **2.3.5 *Stress relief annealing***

*Stress relief annealing* merupakan proses perlakuan panas untuk menghilangkan tegangan sisa akibat proses sebelumnya. Material baja dengan kandungan karbon di bawah 0,3 % C itu tidak bisa dikeraskan dengan membuat struktur mikronya. Tetapi bisa dilakukan dengan pengerjaan pendinginan (Pradhan and Sinha, 2005).

*Halaman ini Sengaja dikosongkan*

## **BAB III METODOLOGI**

### **3.1 Langkah Kerja**

#### **3.1.1 Ekstraksi Pasir Zirkon**

Tahap awal penelitian ini dimulai dengan persiapan sampel pasir zirkon yang berasal dari pasir puya Kalimantan Tengah. Disini pasir zirkon masih dalam bahan alam mentah yang mempunyai kandungan mineral pengotor di antaranya adalah ranting, serbuk kayu dan *magnetic compound*. Sehingga langkah pertama yang dilakukan adalah pasir dicuci dengan akuades sampai warna akuades benar-benar tidak berubah setelah itu pasir dikeringkan. Setelah proses pengeringan pasir diseparasi magnetik dengan menggunakan magnet permanen untuk memisahkan *magnetic compound* dari pasir puya.

Preparasi magnet dilakukan sampai tidak ada lagi pasir yang menempel pada magnet saat magnet dilewatkan di atas pasir. Langkah selanjutnya adalah untuk menghomogenkan ukuran dari pasir puya tersebut maka pasir tersebut dihaluskan menggunakan *planetary ball milling* dengan metode penggilingan basah dan komposisi yang dipakai dalam penggilingan basah adalah 30 gram pasir puya, 50 ml alkohol dan bola zirkonia 48 buah sedangkan proses penggilingan berlangsung selama 2 jam dengan waktu jeda 30 menit untuk setiap jamnya dan kecepatan penggilingan adalah 150 rpm. Setelah proses penggilingan selesai serbuk zirkon yang masih basah dipindahkan ke cawan untuk proses pengeringan, proses pengeringan ini berlangsung  $\pm$  24 jam. Setelah serbuk zirkon kering maka proses selanjutnya adalah serbuk zirkon direndam dalam HCl 2 M yang kegunaannya yaitu untuk menghilangkan *magnetic compound* yang belum terangkat pada preparasi magnetik. Proses perendaman HCl menggunakan HCl 2 M sebanyak 900 ml dan serbuk zirkon sebanyak 30 gram, bahan tersebut kemudian dimasukan ke dalam beker glass 1000 ml. Proses ini dilakukan

menggunakan *hotplate stirrer ciramec*, proses ini dilakukan selama 1 jam dengan menggunakan temperatur ruang. Setelah proses pengadukan selesai sampel didiamkan selama 24 jam agar terpisahkan antara larutan dengan endapannya kemudian larutannya dibuang yang diambil cuma endapan serbuk zirkonnya yang kemudian dicuci menggunakan akuades sampai endapan memiliki  $\text{pH} \pm 7$  dan dikeringkan. Setelah proses ini dilakukan maka proses selanjutnya yang dilakukan adalah proses perendaman menggunakan  $\text{NaOH}$  7 M. Banyaknya serbuk  $\text{NaOH}$  7 M adalah 28 gram sedangkan serbuk zirkon setelah perendaman  $\text{HCl}$  adalah 20 gram dengan ditambahkan akuades sebanyak 100 ml kemudian diaduk menggunakan *hotplate stirrer ciramec* pada temperatur  $300^\circ\text{C}$  sampai larutan tersebut mengerak. Setelah larutan tersebut benar-benar mengerak kemudian dibiarkan dingin terlebih dahulu. Setelah larutan dingin maka ditambahkan akuades lagi sebanyak 200 ml lalu diaduk kembali selama 1 jam dengan menggunakan temperatur ruang. Setelah proses pengadukan larutan dibiarkan  $\pm 2$  hari sampai larutan benar-benar mengendap sehingga didapatkan endapan zirkon dan larutan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  kemudian dipisahkan antara larutan dan endapan. Endapannya dicuci sama akuades sampai  $\text{pH} \pm 7$ , setelah itu dikeringkan.

### **3.1.2 Sistesis Serbuk Nano Zirkon dengan Penggilingan dan Anil**

Serbuk zirkon yang telah direndam oleh  $\text{NaOH}$  di karakterisasi menggunakan XRD kemudian dilakukan penggilingan selama 5 jam dengan kecepatan 150 rpm. Bahan yang digunakan adalah serbuk zirkon sebanyak 20 gram dan alkohol 167 ml dengan bola penggilingan sebanyak 50 buah. Setelah proses penggilingan selesai maka dilakukan proses pengeringan dengan cara dioven  $\pm 1$  hari kemudian setelah kering serbuk tersebut dimortar sampai benar-benar halus, lalu diambil 0,5 gram buat pengujian XRD lalu dilanjut dengan proses anil dengan suhu  $200^\circ\text{C}$  selama 1 jam dengan komposisi zirkon sebanyak 19,4 gram setelah itu akan dilakukan proses mortar

kemudian diambil 0,5 gram buat pengujian XRD. Pada penelitian ini yang dilakukan yaitu variasi waktu penggilingan yaitu 5, 10, 20, dan 30 jam sehingga dari masing-masing sampel tersebut dianil dengan suhu yang sama dan waktu yang sama kemudian dilakukan pengujian XRD, SEM dan TEM.

### 3.1.3 Karakterisasi Serbuk Nano Zirkon

Masing-masing sampel yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi struktur dan mikrostruktur.

#### Fasa dan Struktur

Untuk mengidentifikasi fasa-fasa kristalin dan komposisinya pada sampel, dilakukan pengujian XRD. Pengukuran ini dilakukan pada sudut  $2\theta$  15-65° dan data step 0,02° dan menggunakan target Cu ( $\lambda=1,5405980$ ) Å.

Analisis kualitatif atau identifikasi fasa pada hasil uji XRD dilakukan menggunakan program *Match!2* melalui pencocokan (*matching*) antara pola terukur dengan model yang telah ada. Sekuensi 2 $\theta$ -intesitas dan list hkl yang cocok antara pola terukur dan model, mengidentifikasi bahwa sampel yang didifraksi tersebut mengkristal dengan struktur yang telah dimiliki oleh model, demikian juga dengan fasanya. Sedangkan untuk analisis kuantitatif untuk menginvestigasi struktur kristal dan kuantitatif fasa (%berat ataupun %volume) dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica* yang berbasis pada penghalusan *Rietveld*.

Dalam menganalisis ukuran dan pengaruh regangan, dapat dilakukan dengan menggunakan program *MAUD*. Masukan data yang digunakan berupa file \*.xy hasil dari XRD dan model berupa file \*.cif yang didapatkan dari data kristalografi. Sebelumnya *refinement*, tekan tombol *fix all* untuk memastikan bahwa tidak ada parameter-parameter yang terpilih untuk *adjustment*. Langkah berikutnya *refinement*.

Urutan *refinement* yang disarankan adalah *background*, faktor skala, parameter-parameter kisi, faktor termal tiap atom, parameter-parameter pelebaran puncak, ukuran-ukuran kristal dan *microstrain*, kemudian pilih *fix all parameters* dan diperhalus.

Hasil dari *refinement* dapat dilihat pada *analysis-result* yang mana menghasilkan luaran berupa ukuran kristal dan regangan dari sampel yang di uji dengan memperhatikan parameter kecocokan didalam *software MAUD*.

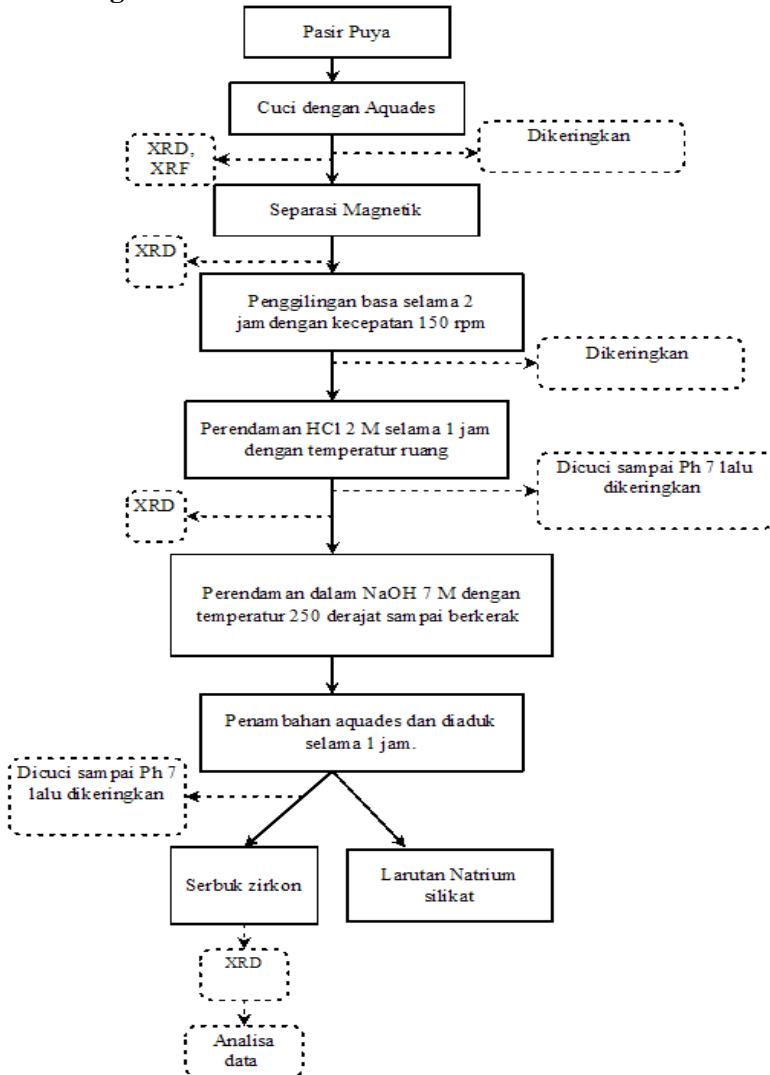
### *Mikrostruktur*

*Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan untuk melihat morfologi partikel serbuk zirkon hasil dari ekstrasi pasir zirkon. Pengambilan gambar mikro menggunakan SEM dilakukan di LPPM Insitut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. SEM sendiri merupakan mikroskop elektron yang didesain untuk mengamati objek solid secara langsung. SEM memiliki pembesaran yang cukup tinggi antara 10–3.000.000 kali, *depth of field* 4–0,4 mm, resolusi sebesar 1–10 nm. SEM memfokuskan sinar elektron dipermukaan objek dan mengambil gambarnya dengan mendeteksi elektron yang muncul dari permukaan objek.

*Transmission Electron Microscopy* (TEM) digunakan untuk melihat morfologi kristal serbuk zirkon hasil dari ekstraksi pasir zirkon. Pengambilan gambar mikro dilakukan di badan pusat penelitian LIPI di Serpong, Jawa Barat. TEM sendiri merupakan mikroskop elektron yang digunakan untuk melihat ukuran kristal pada suatu bahan. TEM memiliki resolusi 0,1–0,2 nm, dan mampu mendapatkan informasi komposisi dan kristalografi .

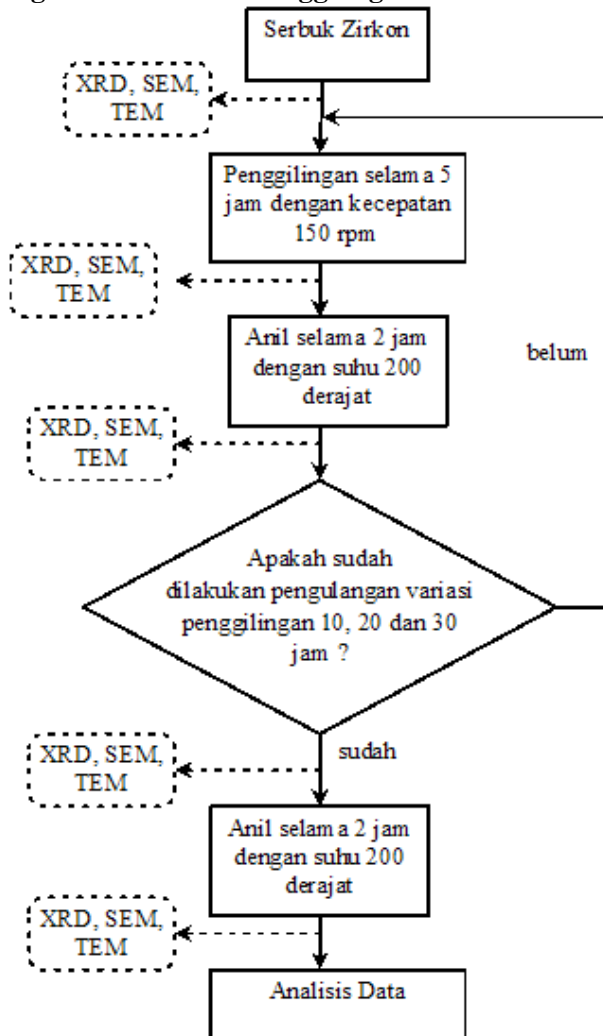
### 3.2 Diagram Alir Penelitian

#### 3.2.1 Diagram Alir Proses Ekstraksi Zirkon



Gambar 3. 1 Proses Ekstraksi Pasir Zirkon (Muwwaqor, 2016) dan (Nurlaila, 2016)

### 3.2.2 Diagram Alir Proses Penggilingan dan Anil



OGambar 3. 2 Proses Penggilingan dan Anil Serbuk Zirkon



## **BAB IV**

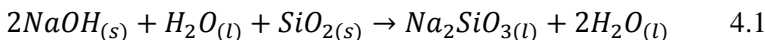
### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Ekstraksi Pasir Zirkon**

Sintesis serbuk zirkon berukuran orde nanometer menggunakan bahan dasar pasir zirkon alam dari Kereng Pangi, Kalimantan Tengah. Penelitian ini didahului dengan proses pemurnian pasir zirkon alam menjadi serbuk zirkon murni yang berukuran mikron seperti yang dilakukan oleh (Nurlaila, 2016) dan (Muwwaqor, 2016). Proses pemurnian menggunakan tiga tahap yaitu separasi magnetik, perendaman HCl dan reaksi dengan NaOH seperti yang telah dijelaskan pada Subbab 3.1.1. Hasil pengujian XRF dari proses ekstraksi pasir zirkon dapat dilihat pada Tabel 4.1. Dari hasil XRF ditunjukkan bahwa proses separasi dengan magnet permanen dapat menghilangkan kadar impuritasi seperti unsur Fe, Cr, Sn, Ag, Cd dan Sr.

Proses selanjutnya adalah penggilingan dan perendaman HCl, yang dilakukan untuk mereduksi ukuran pasir menjadi serbuk dan mengurangi kadar Ti yang terkandung dalam serbuk. Tampak dari Tabel 4.1 bahwa kandungan Ti nilainya semakin turun.

Gambar 4.1 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari sampel-sampel ekstraksi. Dari hasil analisis kualitatif didapatkan bahwa fasa dominan yang terkandung dalam pasir zirkon adalah zirkon (PDF 00-081-0588) dan kuarsa (PDF 00-003-0419) Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan serbuk zirkon dengan kemurnian tinggi, sehingga pada tahap akhir dari proses ekstraksi dilakukan pereaksian dengan NaOH guna memisahkan kuarsa mengikuti Persamaan reaksi (4.1).

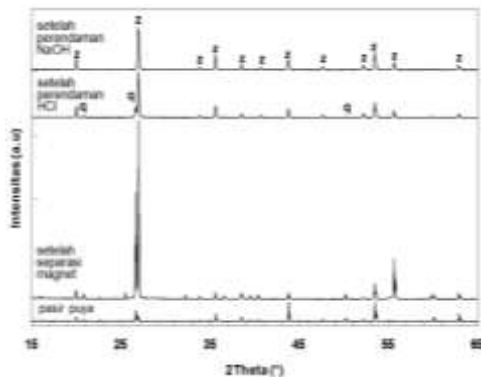


Tabel 4. 1Komposisi Unsur dalam Sampel Sebelum dan Setelah Ekstraksi (Muwwaqor, 2016) dan (Nurlaila, 2016)

Kuantitas elemen (wt.%)	Sampel			
	Pasir Puya	Setelah Separasi Magnet	Perendaman HCl	Setelah Perendaman NaOH
Zr	59,4(3)	57,3(3)	76,2(3)	81,0(4)
Si	33,4(4)	37,6(4)	19,4(6)	14,2(6)
Ti	5,6(1)	4,2(1)	2,8(1)	2,5(1)
Hf	0,8(1)	0,8(1)	1,3(2)	1,3(2)
Fe	0,3(0)	-	-	-
Cr	0,2(0)	-	-	-
Y	0,2(0)	0,2(0)	0,2(0)	0,5(0)
Sn	0,02(0)	-	0,01(0)	0,01(0)
Ag	0,01(0)	-	0,01(0)	0,01(0)
Cd	0,01(0)	-	0,01(0)	0,01(0)

Pemberian NaOH bertujuan untuk mengikat kuarsa, karena pada proses perendaman dengan HCl masih terdapat kuarsa pada serbuk zirkon seperti diperlihatkan pada Gambar 4.1. NaOH bereaksi dengan kuarsa dan tidak bereaksi dengan zirkon. Sehingga setelah proses pereaksian dengan NaOH didapatkan serbuk zirkon 100%.

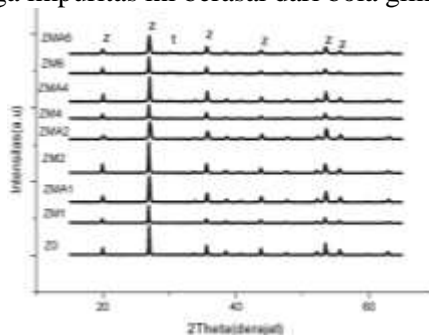
Hasil uji XRF menunjukkan persentase komposisi unsur zirkonium dan silikon yang meningkat dan didukung analisis kualitatif pada pola XRD yang mengindikasikan hanya terdapat fasa zirkon pada sampel. Serbuk zirkon dengan kemurnian tinggi ini selanjutnya akan disintesis menjadi serbuk berukuran nanometrik dengan metode penggilingan dan anil.



Gambar 4. 1 Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi  $\text{CuK}\alpha$ ) dari sampel Ekstraksi Pasir Zirkon (Muwwoqor, 2016) dan (Nurlaila, 2016)

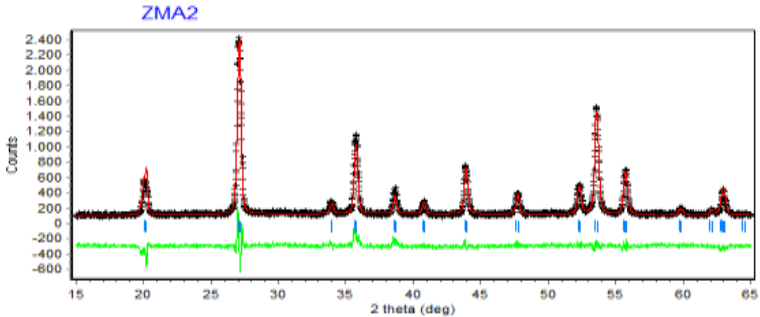
#### 4.2 Sintesis Serbuk Nano Zirkon dengan Penggilingan dan Anil

Pola difraksi sinar-X serbuk zirkon dengan variasi waktu penggilingan 5, 10, 20 dan 30 jam diperlihatkan pada Gambar 4.1. Berdasarkan analisis kualitatif sampel Z0, ZM1, ZMA1, ZM2 dan ZMA2 menunjukkan fasa tunggal zirkon, sedangkan ZM4, ZMA4, ZM6 dan ZMA6 terdapat fasa sekunder, yaitu zirkonia tertragonal. Diduga impuritas ini berasal dari bola giling.



Gambar 4. 2 Pola Difraksi Sinar-X (radiasi  $\text{CuK}\alpha$ ) Serbuk Zirkon dengan Variasi Penggilingan dan Anil. [z=zirkon, t=zirkonia tertragonal]

Analisis lebih lanjut pada pola difraksi serbuk-serbuk ini yaitu analisis *Rietveld* melalui perangkat lunak *Rietica* guna memperoleh komposisi fasa khususnya sampel-sampel yang memiliki impuritas zirkonia tetragonal. Contoh plot hasil penghalusan (*parameter refinement*) diperlihatkan pada Gambar 4.3 dan yang lainnya dilampirkan



Gambar 4. 3 Contoh Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *Rietica* untuk Sampel Serbuk Zirkon dengan Pengilingan 10 Jam dengan Anil Suhu 200 °C Selama 2 Jam (Sampel ZMA2). (Merah : Model, Hitam : Data, Hijau : Selisih )

Tabel 4.2 memperlihatkan parameter kecocokan hasil analisis menggunakan *Rietica* untuk sampel-sampel serbuk zirkon. Untuk informasi kecocokan, secara umum nilai GoF kurang dari 4% sedangkan parameter kecocokan yang lain seperti *R-profile* ( $R_p$ ), *R-weighted profile* ( $R_{wp}$ ), *R-expected* ( $R_{exp}$ ) kurang dari 20% sehingga data hasil pengolahan dengan perangkat lunak *Rietica* dapat diterima (*acceptable*). Untuk data lebih rinci dapat dilihat pada Lampiran 1. Sedangkan hasil luaran *Rietica* berupa komposisi fasa serbuk zirkon diperlihatkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.3 menunjukkan hasil bahwa pada Z0, ZM1, ZMA1, ZM2, dan ZMA2 teridentifikasi fasa tunggal zirkon. Sedangkan pada sampel ZM4, ZMA4, ZM6 dan ZMA6 terdapat fasa sekunder yang berasal dari impuritas bola giling. Semakin lama waktu penggilingan mengakibatkan adanya kontaminasi zirkonia

yang lebih banyak pada serbuk zirkon yaitu mencapai 0,15 wt.% pada sampel yang digiling selama 30 jam.

Tabel 4. 2 Parameter Kecocokan Analisis Menggunakan *Rietica*

Sampel	GoF	R <sub>wp</sub>	R <sub>exp</sub>	R <sub>Bragg1</sub>	R <sub>Bragg2</sub>
Z0	1,93	11,64	8,37	5,68	-
ZM1	1,73	15,55	11,83	4,59	-
ZMA1	2,03	10,67	7,50	4,68	-
ZM2	1,75	10,38	8,18	4,02	-
ZMA2	2,71	11,95	7,25	5,98	-
ZM4	8,6	26	8,84	17,04	9,58
ZMA4	3,38	17,15	9,33	4,17	2,28
ZM6	6,7	24,19	9,32	6,21	11,01
ZMA6	3,05	12,83	7,34	4,93	3,32

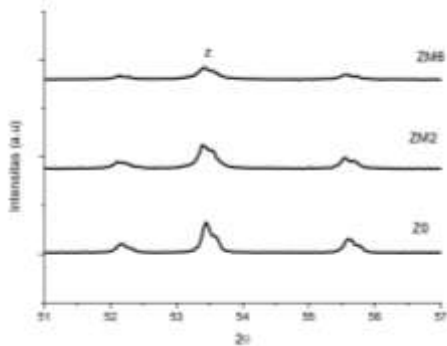
Tabel 4. 3 Komposisi Fasa Sampel Serbuk Zirkon dengan Variasi Waktu Penggilingan

Sampel	Luaran Rietica					
	Zirkon			t-Zirkonia		
	Komposisi (mol%)	Parameter Kisi (nm) a=b	c=	Komposisi (mol%)	Parameter kisi (nm) a=b	c=
Z0	100(0)	6,6074(3)	5,9834(3)	-	-	-
ZM1	100(0)	6,6054(8)	5,9808(8)	-	-	-
ZMA1	100(0)	6,6083(3)	5,9838(3)	-	-	-
ZM2	100(0)	6,6034(6)	5,9787(6)	-	-	-
ZMA2	100(0)	6,6172(4)	5,9925(4)	-	-	-
ZM4	99,64(0)	6,6107(0)	5,9861(0)	0,36(0)	4,4755(0)	4,2756(0)
ZMA4	99,63(1)	6,6083(5)	5,8802(5)	0,37(0)	3,6126(5)	5,0684(11)
ZM6	99,35(0)	6,6204(0)	5,9950(0)	0,63(0)	2,3905(1)	4,0363(3)
ZMA6	99,36(2)	6,5173(6)	5,9023(6)	0,64(0)	3,5679(1)	5,1109(3)

Dane dan John (1998) menerapkan penggilingan kering dan basah disertai variasi waktu penggilingan dan temperatur anil. Ketika serbuk zirkon digiling dengan menggunakan media etanol selama 30 menit, bahan uji mengandung impuritas zirkonia. Hal

ini dikarenakan adanya kontaminasi antara tempat yang digunakan untuk menggiling ketika penggilingan dilakukan dalam jangka waktu yang relatif lama. Sehingga pada penelitian ini dapat disimpulkan bahwa waktu yang lama (lebih dari 20 jam) menyebabkan bola zirkonia mengkontaminasi sampel zirkon.

Penggilingan dengan waktu 10, 20 dan 30 jam memberikan efek pada lebar puncak XRD seperti diperlihatkan Gambar 4.4. Pelebaran puncak, secara prinsip pada sebuah sampel yang digiling, disebabkan oleh dua hal, yaitu berubahnya ukuran kristal dan regangan fasa. Dalam analisis data XRD akibat penggilingan, dua efek itu harus dipisahkan dan perangkat lunak MAUD mampu melakukan pemisahan tersebut.



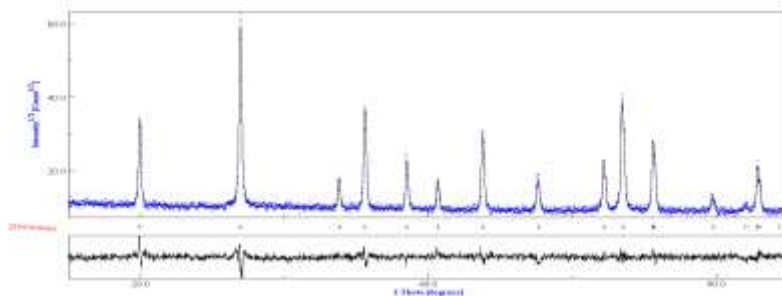
Gambar 4.4 Pola Difraksi Sinar-X (radiasi  $\text{CuK}\alpha$ ) Serbuk Zirkon pada Sampel Z0, ZM2 dan ZM6

Tabel 4.4 Parameter Kecocokan Analisis Menggunakan *MAUD*

Sampel	Sig	$R_w$	$R_{wnb}$	$R_b$	$R_{exp}$
Z0	1,57	13,11	15,48	10,07	8,34
ZM1	1,75	20,73	27,25	16,44	11,81
ZMA1	2,16	16,17	22	12,61	7,49
ZM2	1,80	14,75	18,63	11,63	8,17
ZMA2	2,54	18,44	26,41	10,32	8,79
ZM4	1,20	11,72	11,42	9,28	9,75
ZMA4	1,92	14,14	17,42	10,67	7,35
ZM6	1,34	11,80	12,63	9,41	8,83
ZMA6	1,60	11,78	13,03	9,38	7,35

Urutan yang digunakan untuk penghalusan pada aplikasi *MAUD* adalah *background* 0, 1, 2, 3, dan 4, Parameter *a*, *b*, *isotropic* Zr, Si, dan O, *phase scale*, *size*, *strain*, *distribution*, dan *asymmetry*. Hasil penghalusan terhadap data terukur zirkon dengan perangkat lunak *MAUD*, variasi waktu penggilingan terhadap ukuran kristal diperlihatkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.4 memperlihatkan paramater kecocokan analisis Rietveld menggunakan perangkat lunak *MAUD*. Tingkat kesesuaian dari penghalusan sampel menunjukan nilai dari  $Sig = 1,57$ ,  $R_w = 13,11$  Hal ini sesuai kriteria yang disyaratkan yaitu  $Sig < 42\%$  dan  $R_w < 20\%$ .



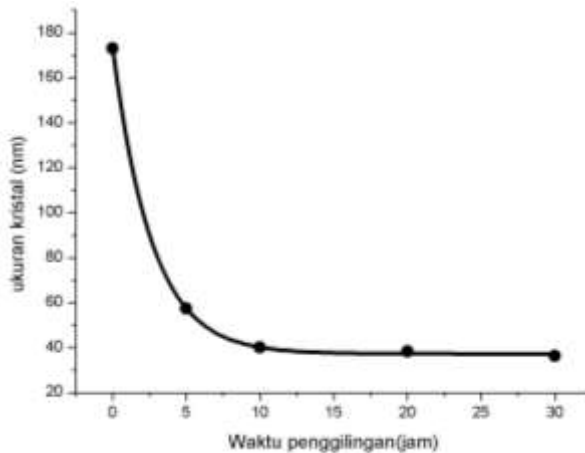
Gambar 4.5 Contoh Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *MAUD* untuk Sampel Serbuk Zirkon Tanpa Penggilingan (Z0), (Biru : Model, Hitam : Data)

Tabel 4.5 Ukuran Kristal dan Regangan Serbuk Zirkon dengan Variasi Waktu Penggilingan

Sampel	Lauaran Maud			
	Zirkon		t-Zirkonia	
	Ukuran Kristal (nm)	Regangan ( $10^{-4}$ )	Ukuran Kristal (nm)	Regangan ( $10^{-4}$ )
Z0	173(0)	2,4(4)	-	-
ZM1	162(1)	3,1(2)	-	-
ZMA1	57(1)	2,3(1)	-	-
ZM2	45(3)	5,8(3)	-	-
ZMA2	40(6)	3,8(4)	-	-
ZM4	38(6)	8,1(1)	30(1)	7,9(0)
ZMA4	38(2)	6,3(8)	30(6)	4,9(4)
ZM6	37(1)	7,9(1)	33(1)	7,5(7)
ZMA6	35(2)	7,1(1)	31(2)	5,5(4)

Tabel 4.5 menunjukkan hasil dari pengaruh waktu penggilingan dan anil terhadap ukuran kristal. Semakin lama waktu penggilingan mengakibatkan ukuran kristal semakin mengecil. Hal ini bisa terjadi karena adanya gesekan dari bola-bola penggilingan dan campuran serbuk yang digiling bergantian berputar terhadap dinding jar penggilingan. Semakin cepat perputaran penggilingan, maka energi yang dihasilkan juga semakin besar dan merupakan energi yang membuat serbuk giling terdeformasi dan akhirnya hancur. Hal inilah yang membuat ukuran partikel serbuk menjadi nanometrik (Simanjuntak and Purwaningsih, 2012).





Gambar 4.6 Hubungan Waktu Penggilingan terhadap Ukuran Kristal Serbuk Zirkon

Gambar 4.6 menunjukkan hubungan antara waktu penggilingan terhadap ukuran kristal. Semakin lama waktu penggilingan menunjukkan bahwa ukuran kristal yang diperoleh semakin kecil. Pada saat serbuk zirkon sebelum digiling ukuran kristal yaitu 173 nm dan ketika serbuk zirkon digiling selama 30 jam mendapatkan nilai ukuran kristal sebesar 38 nm. Dari penggilingan tersebut ternyata dapat mereduksi ukuran kristal sampai 20%. Hasil ini selaras dengan penelitian sebelumnya, yaitu bahwa penggilingan mereduksi ukuran serbuk  $\text{CaCO}_3$  dari 9000 nm menjadi 600 nm dengan lama penggilingan 18 jam (Gunawan dkk., 2011). Sehingga dapat disimpulkan bahwa zirkon nanometrik dapat dibuat dengan cara penggilingan.

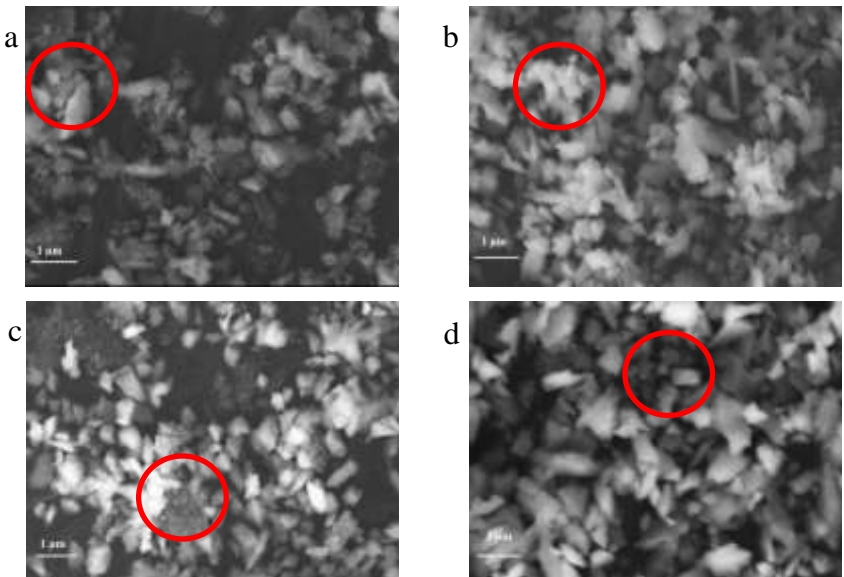
Waktu penggilingan juga mengakibatkan adanya regangan pada serbuk. Semakin lama waktu penggilingan nilai regangan yang dihasilkan semakin meningkat. Hal ini dapat dilihat pada

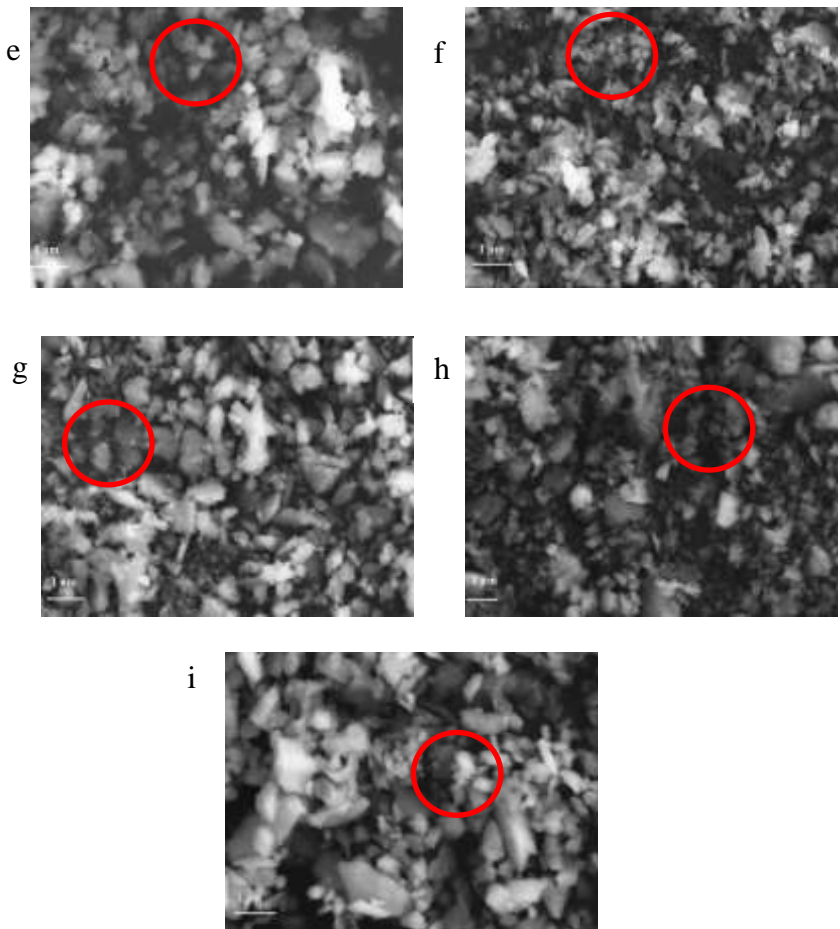
Tabel 4.5. Untuk menghilangkan regangan pada serbuk perlu dilakukan anil.

### 4.3 Mikrografi Serbuk Zirkon

#### 4.3.1 SEM (Scanning Electron Microscopy)

Analisa mikrostruktur dari hasil SEM setelah digiling 5, 10, 20 dan 30 jam dan anil selama 2 jam dengan suhu  $200^{\circ}\text{C}$  diperlihatkan pada Gambar 4.7. Hasil Gambar SEM menunjukkan bahwa setelah sampel digiling selam 5 jam (ZM1), partikel memiliki bentuk yang relatif kecil dengan distribusi ukuran partikel letaknya hampir merata di seluruh permukaan walaupun masih ada beberapa ukuran partikel yang besar. Hal ini menunjukkan bahwa proses penggilingan dapat mereduksi ukuran partikel.





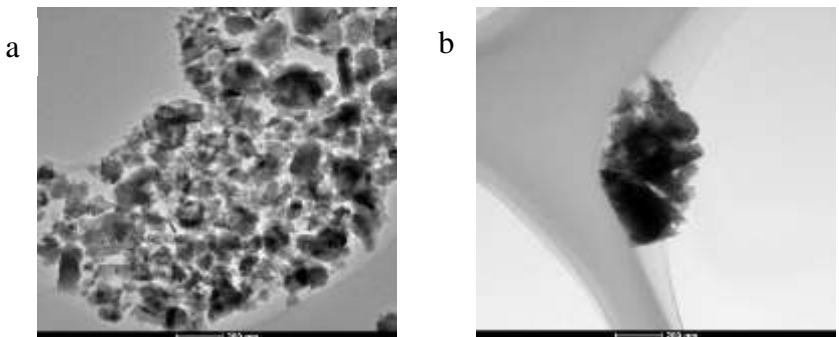
Gambar 4.7 Citra SEM Serbuk Zirkon (a) Z0, (b) ZM1, (c) ZMA1, (d) ZM2, (e) ZMA2, (f) ZM4, (g) ZMA4, (h) ZM6, (i) ZMA6

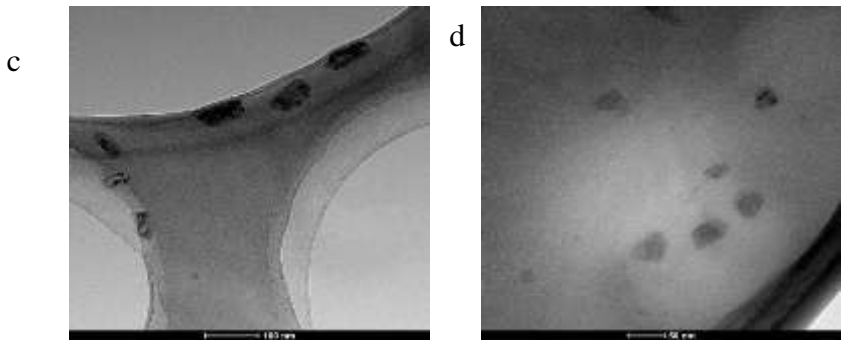
Ketika digiling selama 30 jam (ZM6) ukuran partikel yang dihasilkan sudah mulai mengecil. Semakin lama waktu penggilingan maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil.

Selain itu Gambar 4.7 juga memperlihatkan hasil SEM serbuk zirkon setelah proses anil. Untuk sampel penggilingan 5 jam dengan anil selama 2 jam dengan suhu  $200^{\circ}\text{C}$  (ZMA1), ukuran partikel yang dihasilkan hampir sama dengan sampel ZM1, bentuk partikelnya terlihat kecil. Berikutnya, serbuk zirkon setelah penggilingan berbentuk pipih karena terjadi regangan. Proses anil digunakan untuk menghilangkan regangan pada serbuk zirkon, namun juga sedikit memberikan efek pada morfologi serbuk, yaitu menjadikan butiran-butiran zirkon lebih cenderung bulat.

#### 4.3.2 TEM (Transmission Electron Microscopy)

TEM. Gambar 4.8 memperlihatkan bentuk morfologi dari serbuk zirkon bahwa ukuran kristal sebelum digiling masih besar. Tetapi setelah digiling terjadi sebuah perubahan. Dari ZM1 bentuk kristal yang dihasilkan pipih dan ukuran kristalnya sedikit mengecil. Dan kemudian digiling selama 10 jam (ZM2) ukuran kristal yang dihasilkan sudah mulai mengecil tetapi berbentuk pipih, bentuk pipih ini dikarenakan terjadi sebuah regangan saat proses penggilingan. Untuk menghilangkan regangan tersebut maka diperlukan proses anil dilakukan selama 2 jam dengan temperatur  $200^{\circ}\text{C}$ .





Gambar 4.8 Citra TEM Serbuk Zirkon (a) Z0, (b) ZM1, (c) ZM2, (d) ZMA2

*Halaman ini Sengaja dikosongkan*

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa

1. Ukuran kristal zirkon hasil pemurnian (sebelum penggilingan) adalah 173 nm dengan nilai regangan sebesar  $2,4 \times 10^{-4}$ .
2. Setelah proses penggilingan selama 10 jam dan anil didapatkan serbuk zirkon berukuran nanometrik, yaitu 40 nm dengan nilai regangan sebesar  $3,8 \times 10^{-4}$ .
3. Pada proses penggilingan lebih lama (15-30 jam) terdapat impuritas fasa zirkonia tetragonal hingga mencapai 0,64 mol% dan ukuran kristal zirkon berkurang hingga menjadi 35 nm dengan nilai regangan sebesar  $7,1 \times 10^{-4}$ .

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan hasil penulisan tugas akhir ini disarankan untuk mengkaji lagi proses pembuatan serbuk dengan ukuran nanometrik dengan cara penggilingan melalui hal-hal berikut ini :

1. Penggilingan yang optimal untuk mensintesis serbuk zirkon berukuran nanometrik adalah 10 jam.
2. Menambahkan temperatur anil, sehingga regangan pada serbuk zirkon yang dihasilkan oleh penggilingan dapat kembali seperti semula.

*Halaman ini Sengaja dikosongkan*

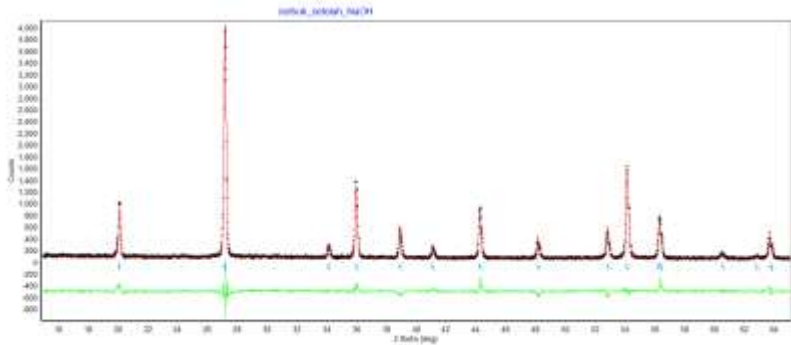


## DAFTAR PUSTAKA

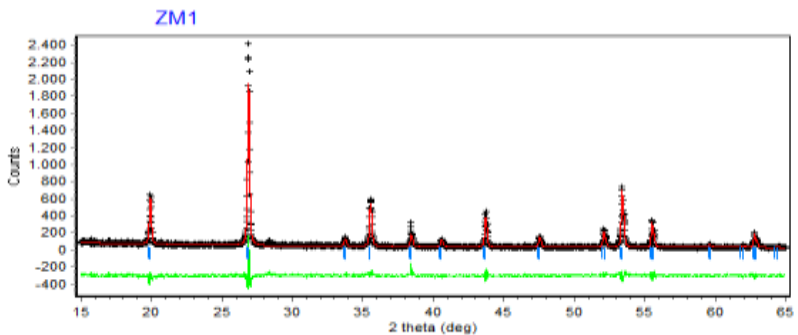
- Batdemberel, G., Battumur, T., Oyungerel, G., Chadraabal, S., Tsermaa, G., Munkhbaatar, P., Sangaa, D., 2013. Nanocrystalline ZnO powder prepared by high energy ball mill, in: Strategic Technology (IFOST), 2013 8th International Forum On. IEEE, pp. 2–5.
- Gogotsi, I.G. (Ed.), 2006. Nanomaterials handbook. CRC/Taylor & Francis, Boca Raton.
- Gunawan, I., Yusuf, S., Sudirman, S., Pudjiastuti, W., 2011. Efek Waktu Milling Terhadap Karakterisasi Partikel Kapur Alam Dengan Menggunakan X-Ray Diffraction. J. Kim. Dan Kemasan 33, 102–106.
- Mahmoud, M.E., Nabil, G.M., Mahmoud, S.M.E., 2015. High performance nano-zirconium silicate adsorbent for efficient removal of copper (II), cadmium (II) and lead (II). J. Environ. Chem. Eng. 3, 1320–1328. doi:10.1016/j.jece.2014.11.027
- Munggaran, G.P.D., Fitriyani, D., Rivai, A.K., 2014. Sintesis bahan ysz (yttria stabilized zirconia,  $Y_2O_3$ - $ZrO_2$ ) dengan metode reaksi padatan dan karakterisasinya. J. Fis. Unand 3, 102–107.
- Muwwaqor, N., 2016. Sintesis dan karakterisasi sistem keramik padat  $ZrO_2$ - $SiO_2$  dengan metode aktivasi mekanik ball milling. Insitut Tekonologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Nurlaila, R., 2016. Pengaruh penambahan  $B_2O_3$  pada sintesis sistem keramik padat  $zro_2$ - $Sio_2$  dengan variasi temperatur sinter. Insitut Tekonologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Pradhan, S.K., Sinha, M., 2005. Microstructure characterization of nanocrystalline  $ZrSiO_4$  synthesized by ball-milling and high-temperature annealing. J. Appl. Crystallogr. 38, 951–957. doi:10.1107/S0021889805029031
- Rajput, N., 2015. Methods of preparation of nanoparticles-a review. Int. J. Adv. Eng. Technol. 7, 1806.

- Shi, Y., Huang, X.X., Yan, D., 1994. Preparation and characterization of highly pure fine zircon powder. *J. Eur. Ceram. Soc.* 13, 113–119.
- Simanjuntak, B.A., Purwaningsih, H., 2012. Pengaruh Kecepatan Milling Terhadap Perubahan Struktur Mikro Komposit Mg/Al<sub>3</sub>Ti. *J. Tek. ITS* 1, F113–F116.
- Spearing, D.R., Huang, J.Y., 1998. Zircon synthesis via sintering of milled SiO<sub>2</sub> and ZrO<sub>2</sub>. *J. Am. Ceram. Soc.* 81, 1964–1966.
- Sriyanti, I., 2009. Nanocomposite prepared by simple mixing method.
- Vilmin, G., Komarneni, S., Roy, R., 1987. Lowering crystallization temperature of zircon by nanoheterogeneous sol-gel processing. *J. Mater. Sci.* 22, 3556–3560.
- Ying, S., Xiaoxian, H., Dongsheng, Y., 1994. Effect of natural zircon powder as seeds on the gel synthesis of zircon powder. *Mater. Lett.* 21, 79–83.

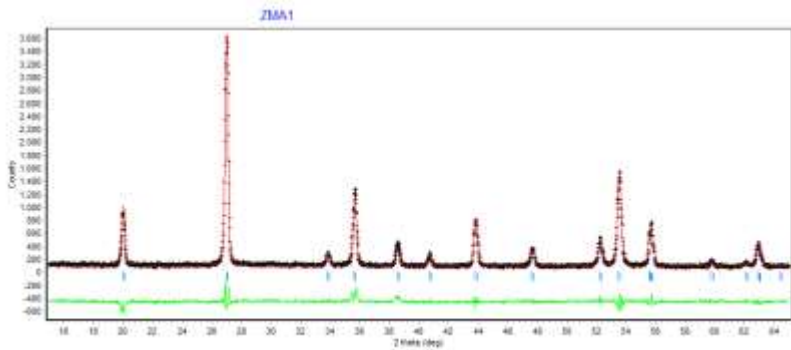
## Lampiran 1 Luaran Hasil Pengolahan Data Menggunakan Perangkat Lunak *Rietica*



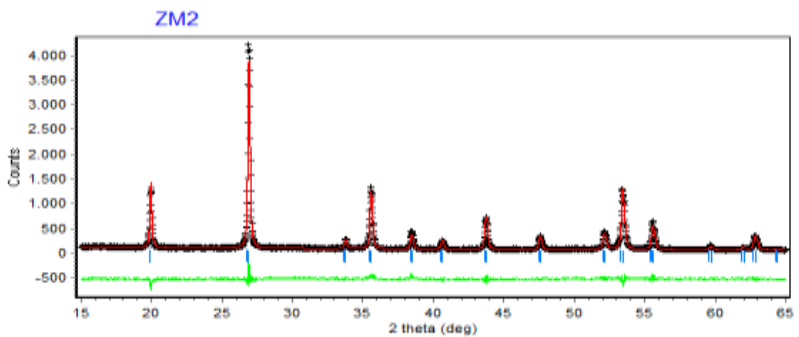
Gambar 1 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *Rietica* untuk Sampel Serbuk Zirkon Tanpa Pengilingan (Z0)



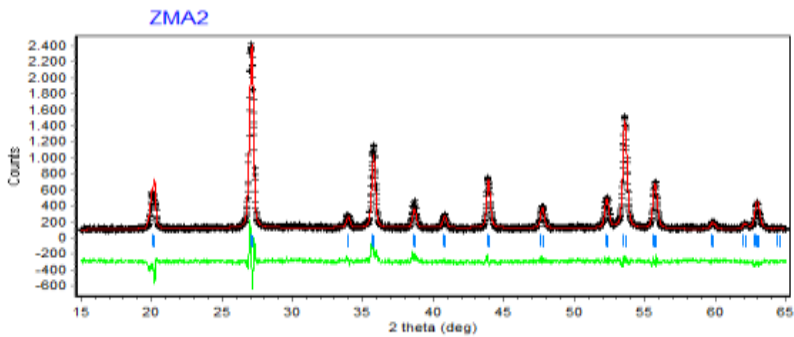
Gambar 1 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *Rietica* untuk Sampel Serbuk Zirkon Pengilingan 5 jam (ZM1)



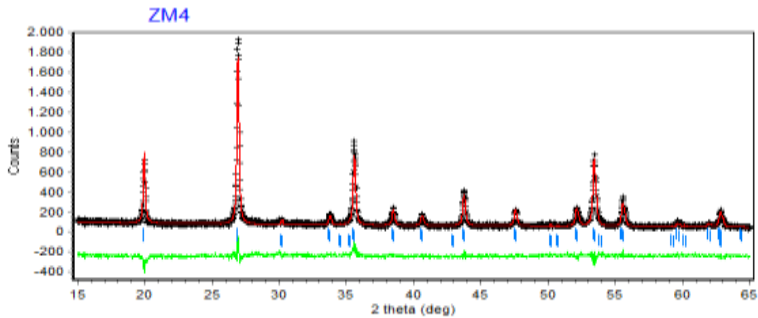
Gambar 2 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Pengilingan 5 Jam dan Anil 2 Jam dengan Suhu  $200^{\circ}$  (ZMA1)



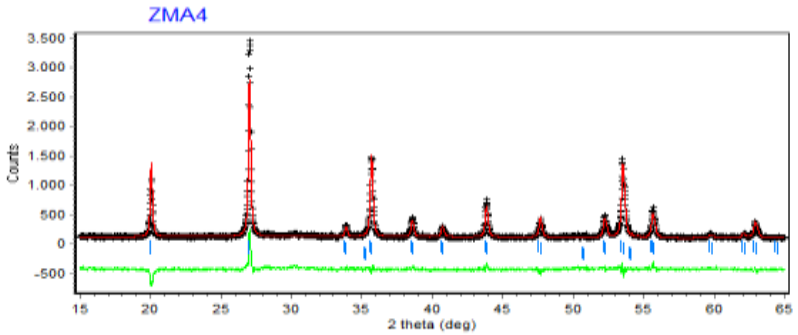
Gambar 4 . Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Pengilingan 10 Jam (ZM2)



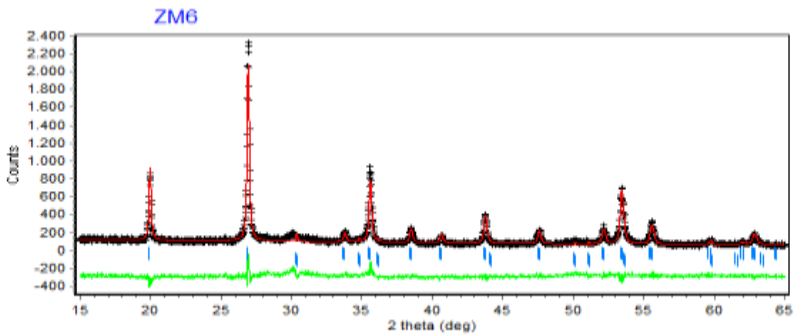
Gambar 3 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Pengilingan 10 jam dan anil 2 jam dengan suhu 200°(ZMA2)



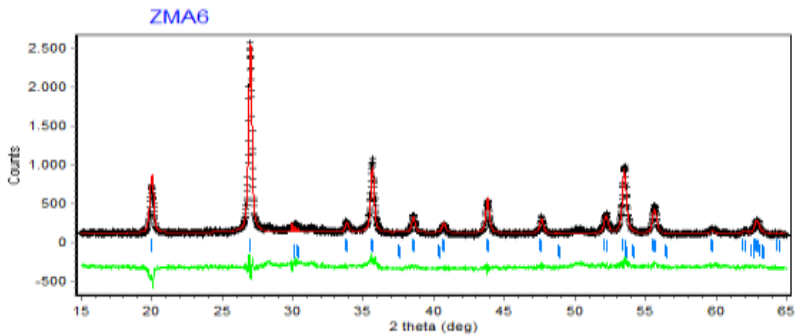
Gambar 6 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Pengilingan 20 Jam (ZM4)



Gambar 7 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Pengilingan 20 jam dan anil 2 jam dengan suhu  $200^{\circ}$  (ZMA4)

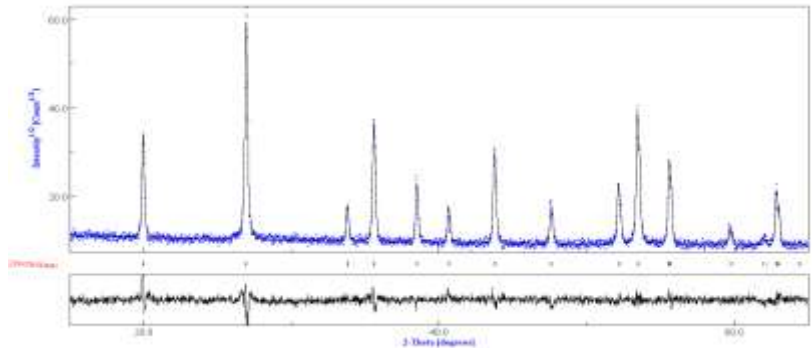


Gambar 8 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Pengilingan 30 Jam (ZM6)

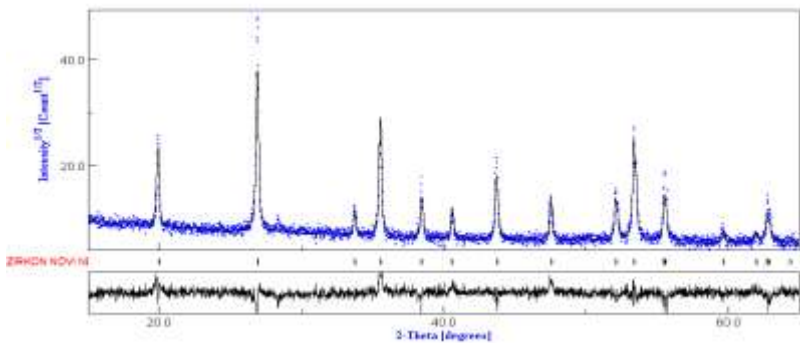


Gambar 9 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak Rietica untuk Sampel Serbuk Zirkon Pengilingan 30 jam dan anil 2 jam dengan suhu  $200^{\circ}$  (ZMA6)

## Lampiran 2 Luaran Hasil Pengolahan Data Menggunakan Perangkat *MAUD*

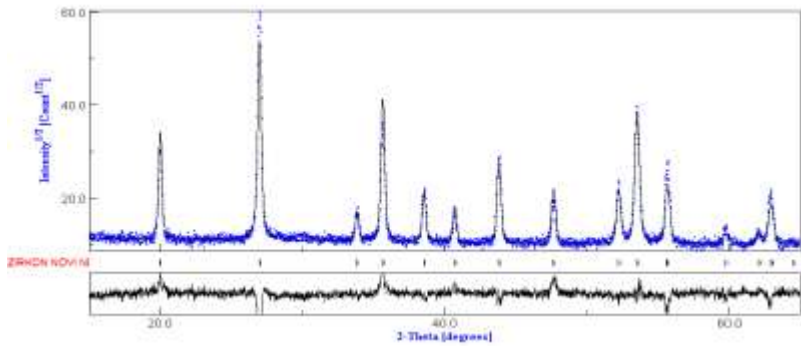


Gambar 10. Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *MAUD* untuk Sampel Serbuk Zirkon Tanpa Penggilingan (Z0)

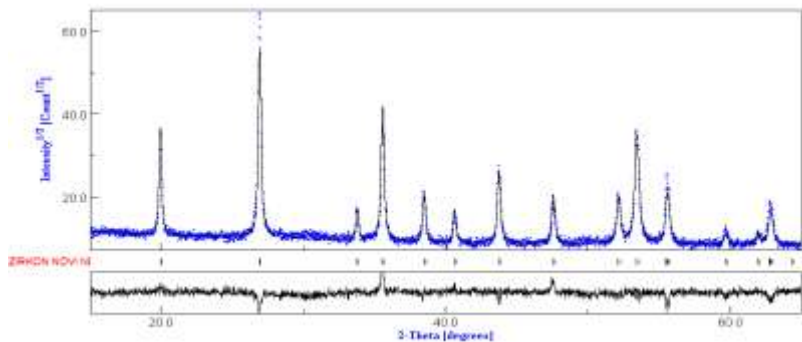


Gambar 11 . Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *MAUD* untuk Sampel Serbuk Zirkon dengan Penggilingan 5 jam (ZM1)

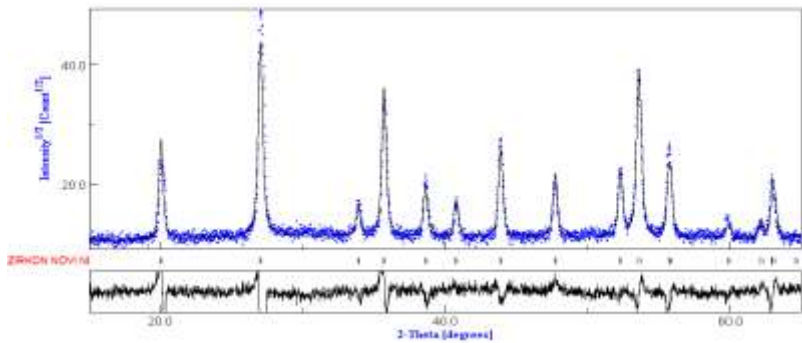




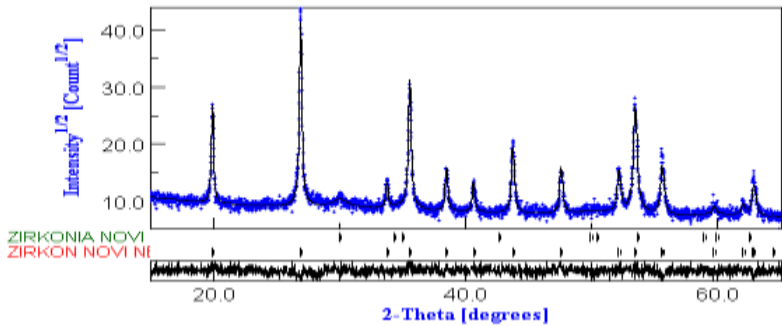
Gambar 12 Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak MAUD untuk Sampel Serbuk Zirkon dengan Penggilingan 5 Jam dan Anil dengan Suhu  $200^{\circ}$  selama 2 jam (ZMA1)



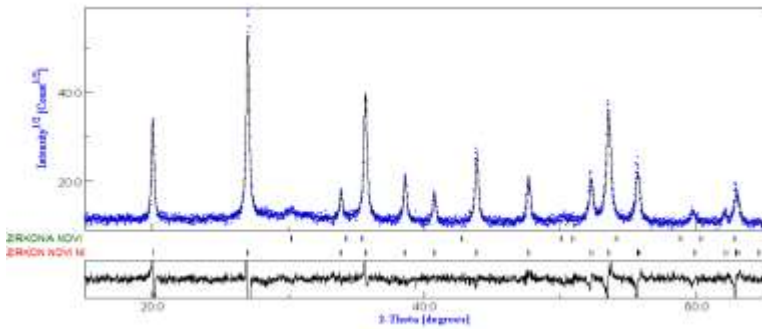
Gambar 13. Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak MAUD untuk Sampel Serbuk Zirkon dengan Penggilingan 10 Jam (ZM2)



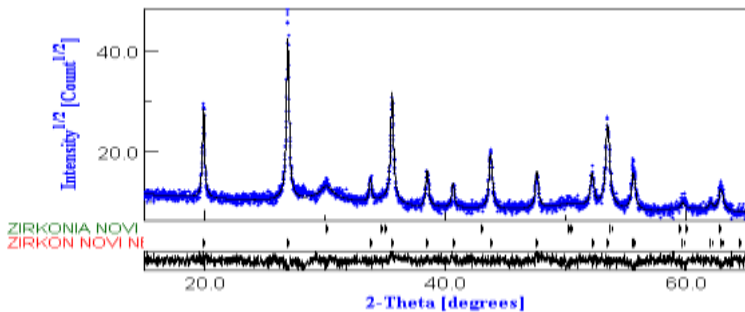
Gambar 14. Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *MAUD* untuk Sampel Serbuk Zirkon dengan Penggilingan 10 Jam dan Anil dengan Suhu 200° Selama 2 jam (ZMA2)



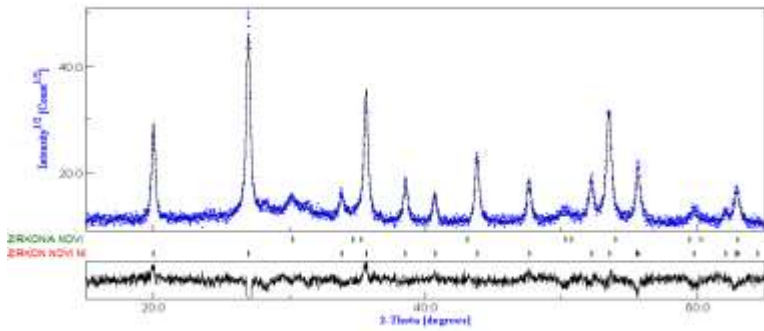
Gambar 15. Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *MAUD* untuk Sampel Serbuk Zirkon dengan Penggilingan 20 Jam (ZM4)



Gambar 16. Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *MAUD* untuk Sampel Serbuk Zirkon dengan Penggilingan 20 Jam dan Anil dengan suhu  $200^{\circ}$  selama 2 jam



Gambar 17. Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *MAUD* untuk Sampel Serbuk Zirkon dengan Penggilingan 30 jam (ZM6)



Gambar 18. Pola Penghalusan dengan Perangkat Lunak *MAUD* untuk Sampel Serbuk Zirkon dengan Penggilingan 30 jam dan Anil dengan suhu  $200^\circ$  selama 2 jam (ZMA6)

### **Biodata Penulis**



Penulis dilahirkan di Gresik, 04 Nopember 1994, merupakan anak kedua dari 2 bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu MI-Alfalah Kedanyang Gresik, SMP Islam Mambaul Ulum Gresik, dan SMA Nahdlatul Ulama 1 Gresik. Setelah lulus dari SMA tahun 2013, Penulis melanjutkan pendidikan di ITS, Diterima dengan jalur SNMPTN di jurusan Fisika FMIPA-ITS dan terdaftar dengan NRP. 1113100023.

Dijurusan Fisika FMIPA-ITS ini Penulis mengambil Bidang Material. Penulis Sempat aktif di kegiatan organisasi Seperti Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMASIKA), Forum Studi Islam Fisika (FOSIF), aktif sebagai Asisten Laboratorium Fisika Madya dari 2015-2017.